

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001年8月30日 (30.08.2001)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/63027 A1

(51) 国際特許分類:
15/00, H01L 21/208, 21/322

C30B 29/06,

(21) 国際出願番号: PCT/JP01/01460

(22) 国際出願日: 2001年2月27日 (27.02.2001)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願2000-52540 2000年2月28日 (28.02.2000) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越半
導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.)
[JP/JP]; 〒100-0005 東京都千代田区丸の内1丁目4番2
号 Tokyo (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 布施川 泉
(FUSEGAWA, Izumi) [JP/JP]. 星 亮二 (HOSHI,

Ryoji) [JP/JP]. 太田友彦 (OHTA, Tomohiko) [JP/JP];
〒961-8061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉 字
大平150 信越半導体株式会社 半導体白河研究所
内 Fukushima (JP). 猪越浩一 (INOKOSHI, Kouichi)
[JP/JP]; 〒961-8061 福島県西白河郡西郷村大字小
田倉 字大平150 信越半導体株式会社 白河工場内
Fukushima (JP).

(74) 代理人: 菅原正倫 (SUGAWARA, Seirin); 〒460-0008
愛知県名古屋市中区栄二丁目9番30号 栄山吉ビル
Aichi (JP).

(81) 指定国 (国内): JP, KR, US.

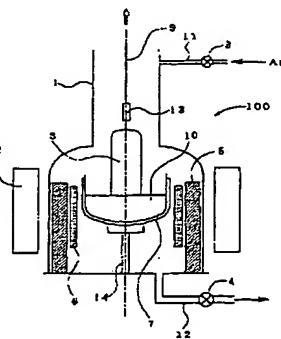
(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE,
DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される
各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: METHOD FOR PREPARING SILICON SINGLE CRYSTAL AND SILICON SINGLE CRYSTAL

(54) 発明の名称: シリコン単結晶の製造方法及びシリコン単結晶



(57) Abstract: A method for preparing a silicon single crystal, characterized in that the single crystal (8) is prepared by the MCZ method, and the flow rate of an inert gas flowed through a growing furnace (1) during the growth of a silicon single crystal and/or the pressure inside the growing furnace (1) are changed depending on the rate of the amount of the single crystal (8) being pulled up, to thereby control the concentration of the interstitial oxygen in the single crystal. The change of the flow rate or pressure of an inert gas in the growing furnace (1) permits controlling with ease the amount of oxygen which distills as an oxide from the surface of a melt in the vicinity of the interface where the crystal is growing, which leads to the control of the amount of oxygen contained in the silicon melt (10) with ease.

WO 01/63027 A1

[続葉有]



(57) 要約:

MCZ法によりシリコン単結晶(8)を製造する方法において、シリコン単結晶の育成中に育成炉(1)内に流す不活性ガスの流量及び育成炉(1)内の圧力のいずれか一方又は両方をシリコン単結晶(8)の引き上げ量に応じて変化させ、単結晶中の格子間酸素濃度を調整する。育成炉(1)内の不活性ガス流量あるいは圧力を変化させることによって、結晶育成界面近傍の融液表面から酸化物として蒸発する酸素の量を容易に調整することが可能となり、シリコン融液(10)中に含まれる酸素量を容易に制御することができる。

明 細 書

シリコン単結晶の製造方法及びシリコン単結晶

5 技術分野

本発明は、ルツボ内に収容したシリコン融液からシリコン単結晶を引き上げるCZ法 (Czochralski Method) を用いたシリコン単結晶の製造方法に関する。より詳しくは、シリコン単結晶中の格子間酸素濃度を高精度に制御して高品質のシリコン単結晶を得る方法と、その方法によって始めて実現可能となったシリコン単結晶に関するものである。

背景技術

半導体素子の製造に用いられるシリコン単結晶ウエーハは、結晶の大型化に有利なチョクラルスキー法 (Czochralski Method、以下、CZ法、引上げ法ともいう) により製造されたシリコン単結晶が広く使われている。チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法は、一般に良く知られているように、単結晶育成装置の石英ルツボ内で熔融されたシリコン融液に種結晶を浸漬し、石英ルツボと種結晶を反対方向に回転させながら融液に浸漬した種結晶を上方に静かに引上げるることにより、略円柱状のシリコン単結晶を育成するものである。

そして、チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法ではシリコン融液の保持に石英ルツボを使用しているため、シリコン融液とルツボ壁の石英が反応して、シリコン融液中に酸素原子が溶け出し、この酸素が融液を通して育成中の単結晶に取り込まれる。そのため、CZ法で製造したシリコン単結晶には過飽和な酸素原子が含まれており、この過飽和な酸素原子の存在によりシリコン単結晶をウエーハに加工したさいの機械強度が高まり、半導体素子をウエーハ上に構成する際に受

ける様々な熱歪みに対して大きな抗力を持つとともに、スリップなどの転位が入り難いという特徴がある。(K. Sumino: Semiconductor Silicon 1981, Electrochem, Soc. Pennington 1981 p. 208)

また、ウエーハ中に存在する過飽和な酸素は、単結晶をウエーハに加工した後の
5 熱処理によって酸素析出物 (Bulk Micro Defect、以下、BMDと略記する) として現れるが、BMDがシリコンウエーハ表層の素子形成領域から離れた領域に導入された場合には、ウエーハ内に存在する不純物を寄せ集めるゲッターリングシンク (Getter Sink) として働き、素子形成工程中でウエーハ内に導入される様々な不純物を取り込み、素子形成領域を清浄に保つ役割を果たす。この方法は、イントリシ
10 ックゲッターリング (Intrinsic Gettering、以下、IGと略記する) と呼ばれ、ウエーハ上に素子を形成する際のゲッターリング方法として、広く利用されている。

しかし、その一方で、BMDはウエーハ中に存在する格子間酸素が増えることにより形成量も増大し、形成量が過剰となった場合、特に素子形成領域であるウエーハ表面層に過多に存在した場合には、素子接合面でのリーク不良の原因ともなり、
15 ひいては素子特性の低下を招いて半導体集積回路としての機能を果たさなくなることもある。従って、ウエーハ表層に半導体素子を作る上で、CZ法シリコン単結晶中の格子間酸素濃度を適切な値に保つことは非常に重要であり、半導体デバイスの高密度化、高集積化に対応するためには結晶中の格子間酸素濃度をいかに適切な値に制御するかが問題とされ、集積回路の製品品質を維持する上では大切な要素とな
20 っている。

ところで、CZ法によるシリコン単結晶の育成においては、石英ルツボ内に収容されているシリコン融液の量が減るにつれ、石英ルツボ壁とシリコン融液の接触面積は次第に少なくなる。その結果、ルツボ壁から融液中に溶け出す酸素も減少し、育成結晶の後半の部位では所望とする値以下に酸素濃度が低下して、必要とする品
25 質を確保できないことがある。これを改善するための手段として、単結晶の育成、

即ち単結晶棒の引き上げ量が多くなるのに合わせ、ルツボの回転を増加させる等の方法を用いて、ルツボ壁からシリコン融液に供給される酸素の量を調整する方法が提案されている。

- ところが、このような方法では、特に直径が200mmを超えるような大口径結晶を育成するための大型の石英ルツボでは、酸素が供給されるルツボ壁と結晶育成界面までの距離があり、融液が育成界面に到達するまでの時間遅れにより、結晶の育成に合わせた高精度の格子間酸素濃度制御を行うことは難しいとされている。その結果、特に200mm以上の大口径結晶をCZ法により引き上げる場合、上記の問題により格子間酸素濃度のバラツキ抑制には避けがたい限界があった。
- 10 他方、シリコン単結晶中の格子間酸素濃度を制御するための方法として、例えば特開昭56-104791号公報には、磁場を印加しながら単結晶の育成を行うMCZ法（Magnetic Field Applied Czochralski Method、以下、磁界下引き上げ法ともいう）が開示されており、格子間酸素濃度を効率よく低減させる方法が提案されている。しかし一方で、この方法では、ウェーハ中のBMD密度を必要十分な値に保
- 15 とうとした場合に、単結晶の育成条件によっては酸素濃度が低すぎる値となることもあり、結晶の品質や育成状態によって酸素濃度を高める方法を取る必要があるなど、単結晶の育成条件の設定・調整がやや面倒な欠点がある。

- これらの問題を解決する手段として、特開平4-31386号公報には、磁場強度を結晶の育成長さに応じて変化させ、結晶育成軸方向の格子間酸素濃度を一定に
- 20 保つ方法が、また、特開平5-194077号公報には、融液が満たされたルツボの回転速度を制御して単結晶中の酸素濃度を調整する方法が提案されている。

- MCZ法によるシリコン単結晶の育成において、シリコン単結晶中に存在する格子間酸素は、通常のCZ法と同様に、石英ルツボからシリコン融液中に溶出した酸素が結晶育成界面を通して結晶中に取り込まれたものである。しかし、MCZ法に
- 25 においてはシリコン融液に磁場を印加しながらシリコン単結晶を育成することで、シ

リコン融液の熱対流やルツボを回転することにより生じる融液の乱流を効率的に抑制できるため、結晶育成界面近傍に供給される酸素の量が抑えられ、その結果、酸素濃度の低い単結晶を育成することができる。これが、MCZ法で低酸素結晶を育成可能な理由である。

- 5 しかし従来のMCZ法では、前記した直径が200mmを超えるような大口径結晶を育成するための大型の石英ルツボを用いる場合、シリコン融液の対流が磁場により極端に抑制されているため、融液が育成界面に到達するまでの時間遅れは一層甚だしくなり、結晶の育成に合わせた高精度の格子間酸素濃度制御を行うことは却って難しくなる。事実、特開平9-235192号公報には、MCZ法によりシリ
- 10 コン単結晶を引き上げる際の、軸線方向の格子間酸素濃度バラツキを抑制するために、ルツボと単結晶の回転速度を所定範囲に調整する技術が開示されているが、6インチ（約150mm）程度の小径のシリコン単結晶においてさえ、達成されているバラツキの程度は $\pm 0.05 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ ($\pm 0.5 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$) に留まっており、さらに大口径のシリコン単結晶ではバラツキは
- 15 一層悪くなるものと予想される。なお、MCZ法においては、シリコン融液の量が減ったときに、ルツボ壁からシリコン融液に供給される酸素の量を調整する方法として、単結晶棒の引き上げ量が多くなるのに合わせ、シリコン融液に印加する磁場強度を減少させる方法なども提案されているが、これも直径200mm以上の単結晶を引き上げる際の、格子間酸素濃度のバラツキ抑制を劇的に改善できるほどの決
- 20 め手とはなりえなかった。

本発明は上記の点に鑑みてなされたもので、その目的は、結晶育成軸方向の格子間酸素濃度が高精度に制御された高品質のシリコン単結晶を製造する方法と、それによって得られるシリコン単結晶を提供するところにある。

上記の課題を解決するために本発明のシリコン単結晶の製造方法は、シリコン単結晶の育成炉内においてルツボに収容したシリコン融液からCZ法によりシリコン単結晶を製造する方法において、磁場を印加しながら単結晶の引き上げを行うMCZ法（磁界下引き上げ法）を採用するとともに、シリコン単結晶の育成中に育成炉内に流す不活性ガスの流量及び育成炉内の圧力のいずれか一方又は両方をシリコン単結晶の引き上げ量に応じて変化させ、単結晶中の格子間酸素濃度を調整することを特徴とする。

本発明では、CZ法によりシリコン単結晶を引き上げるのに際し、得られるシリコン単結晶の酸素濃度を一定レベル以下に抑制しつつ、結晶に取り込まれる酸素濃度の安定化を図るため、MCZ法の採用により融液の対流を抑制しつつシリコン単結晶を育成する。そして、さらに、本発明特有の方法として、育成炉内に流す不活性ガスの流量及び育成炉内の圧力のいずれか一方又は両方をシリコン単結晶の引き上げ量に応じて変化させることにより、CZ法において従来不可能とみなされていた格子間酸素濃度のバラツキ抑制レベルを実現することが可能となった。

そして、本発明のシリコン単結晶は、上記本発明の製造方法の採用により始めて実現可能となったものであり、シリコン融液から単結晶の引き上げを行うCZ法を用いて育成したシリコン単結晶であって、直径が200mm以上であり、結晶育成軸方向における単結晶中心の格子間酸素濃度のバラツキが、結晶育成軸中心の酸素濃度の平均値に対して $\pm 0.2 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ の範囲に収まっていることを特徴とする。なお、本明細書においては、格子間酸素濃度はASTM（1979年）のF-121に規定された方法により測定されたものを意味する。特に、直径が200mm以上（例えば8インチ）、あるいは250mm以上（例えば10インチあるいは12インチ（約300mm））の大口径単結晶においては、従来は、MCZ法を採用しても格子間酸素濃度のバラツキを十分小さく抑えることは非常に困難であった。しかしながら、本発明の製造方法の採用により、このような大口径

単結晶における格子間酸素濃度バラツキを極めて効果的に抑制することができ、具体的に上記のような数値範囲の単結晶を実現することが可能となる。なお、格子間酸素濃度の結晶全体における平均値（つまり、バラツキの中心値）は、 $6 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3 \sim 12.5 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 程度とするのが、CZ法によるシリコン単結晶成長では、低酸素濃度領域として実用的な範囲である。

本発明の製造方法によると、育成炉内に流す不活性ガスの流量及び育成炉内の圧力のいずれか一方又は両方をシリコン単結晶の引き上げ量に応じて変化させることで、磁界を変化させる方法やルツボの回転を調整して酸素濃度を制御する方法よりも時間遅れがなく、効率的に融液中の酸素濃度を調整することができるため、結晶に取り込まれる酸素濃度を安定させられる。上記製造方法によれば、育成炉内に流す不活性ガスの流量あるいは育成炉内の圧力を変化させることによって、結晶育成界面近傍の融液表面から酸化物として蒸発する酸素の量を容易に調整することが可能となり、シリコン融液中に含まれる酸素量を容易に制御することができる。また、このような方法を取れば、シリコン融液表層の酸素濃度をより一層制御し易くなるので、結晶育成界面近傍に存在する融液の酸素量を精度良く制御できる。

上記本発明のシリコン単結晶の製造方法においては、育成炉内に流す不活性ガスの流量を、シリコン単結晶の引き上げ量が多くなるに従って減少させることができる。ルツボ内のシリコン融液は、結晶の育成が進むに従って減少していくが、これによってルツボ壁とシリコン融液の接触面積が減り、ルツボから供給される酸素の量が少なくなる。そこで、融液量の減少に従って、育成炉内に流す不活性ガス、例えば育成炉上方から融液面に向けて流す不活性ガスの量を少なくすることで、不活性ガスによって融液面から取り去られる SiO （一酸化珪素）の量が減少し、融液表層の酸素濃度が所望の値以下に低下することを防止できる。これによって、結晶育成界面近傍の融液中の酸素濃度が適切な値に保たれ、融液減少にともなう結晶中の酸素濃度変動を効果的に抑えることができる。特に大型の石英ルツボ（例えば内径が

500mm以上のもの)を使用することにより、直径が200mmを超えるような大口径結晶を育成する場合には、本発明の採用が有効である。

この場合、シリコン単結晶の育成中に育成炉内に流す不活性ガスの流量は、40
～300リットル/minの範囲内で調整するのが望ましい。ルツボ内の融液の量
5 に拘わらず、炉内に流す不活性ガスの流量が40リットル/min以下では融液表面から蒸発する酸化物を除去する効果が小さくなり、融液中の酸素濃度を適切に調整することが難しくなる場合がある。また、融液から蒸発する酸化物の除去効果が小さくなることで、石英ルツボの上端や、育成炉内の温度が低い部分に酸化物が付着して育成炉内を汚すばかりでなく、それら付着物が融液表面に落下してシリコン
10 の単結晶化を阻害することがある。一方、不活性ガスの流量が必要以上に多いのにも問題がある。不活性ガスの量が多すぎると、融液表面から取り去られる酸素の量が多くなり、その分、ルツボから供給される酸素の量が増えて石英ルツボの劣化を早めることになり、長時間の操業が難しくなる。また、融液表面を流れる不活性ガスの量が多くなることで融液表面に波立ちが生じ、育成中の単結晶に転位が発生するなどの不具合につながる恐れがある上、不活性ガスの消費量が増えるので製造コストの面でも不利が生じる。この観点において、炉内に流す不活性ガスの量は30
0リットル/min以下とすることが望ましい。なお、炉内に流す不活性ガスの流量はより望ましくは60～200リットル/minとするのがよい。

ただし、炉内に流す不活性ガスの流量は、育成炉やルツボの大きさ、ひいては育成
20 するシリコン単結晶の直径により、より望ましい数値範囲が異なる場合がある。具体的には、育成炉の容積が大きくなるほど結晶育成時に流すガス流量の上限値は大きくなる傾向にあり、例えば直径が300mmを超えるような単結晶を引き上げる大型育成炉では、不活性ガスの流量が300リットル/minを超えることも十分ありうる。しかしながら、育成炉が如何に大型化しようともMCZ法を用いてシリ
25 コン単結晶を育成しようとする場合には、炉内に流す不活性ガスの流量を単結晶

の引き上げ量に合わせて調節することにより、得られる単結晶中の格子間酸素濃度を適宜コントロールできることに変わりはない。

育成炉内に流す不活性ガスは、アルゴンガスとするのが良い。炉内に流す不活性ガスをアルゴンガスとすれば、育成炉内で不必要な化学反応を起こすこともなく安定した結晶育成を行うことができるとともに、結晶品質への影響も少なく高品質の結晶を得ることができる。

また、本発明のシリコン単結晶の製造方法においては、結晶育成炉内の圧力を、シリコン単結晶の引き上げ量が多くなるに従って増加させることもできる。シリコン単結晶の引き上げ量が多くなるに従って融液の量は減少し、融液中の酸素濃度は低下する。しかし、育成炉内の圧力を高めることで、融液表面から蒸発するSiOの量を抑制できる。従って、シリコン単結晶が育成していくのに合わせて育成炉内の圧力を上げれば、SiOの蒸発量が減りシリコン融液中の酸素量を安定させられる。また、炉内圧を調整することによる酸素濃度の制御方法は、炉内に流す不活性ガスの量には関係ないので不活性ガスの消費を抑える効果もあり、単結晶の製造コストの面でも優れている。

シリコン単結晶育成中の育成炉内の圧力は、40～300mbarの範囲で調整し使用するのが良い。育成炉内の圧力が40mbar以下では、融液表面から蒸発するSiO等の酸化物の量が必要以上に増え、石英ルツボ壁からの酸素供給量が増加しルツボの耐久性を損なうため、長時間にわたる結晶育成が難しくなる場合がある。一方、300mbarを超えるような条件で操業を行った場合には、融液から蒸発する酸化物の量は抑制できるが、育成炉内の圧力が高くなり過ぎることで育成炉壁やホットゾーン（炉内構造物）等にSiOが付着して炉内を観察できなくなったり、付着したSiOが融液に落下したりして、結晶の育成が妨げられる場合があり、操業上好ましくない。なお、育成炉内の圧力は、より望ましくは60～200mbarの範囲で調整するのがよい。

次に、本発明の方法を用いれば、直接的に育成界面近傍の融液に含まれる酸素濃度を制御できるため、時間遅れのない酸素濃度制御が可能となり、結晶中に取り込まれる酸素を精度よくコントロールすることができる。特に、直径200mm以上（例えば8インチ以上）の大型単結晶の育成に際しては高強度の磁場を印加して操
5 業を行うので、本発明の効果が特に顕著に発揮される。具体的には、シリコン単結晶を育成する育成炉内にあるシリコン融液に印加される磁場が、その強度最大となる位置において3000G（ガウス単位の磁束密度にて表した磁界強度により表示）以上となるような条件で操業を行う場合を例示できる。なお、磁場の値に特に
10 上限はないが、実用的な範囲としては、磁場発生装置のサイズやランニングコスト等を考慮して10000G程度までの範囲にて選択するのがよい。

シリコン単結晶を育成する育成炉内のシリコン融液に印加される磁場としては、例えば水平磁場を採用できる。この場合、上記のような大型単結晶を育成する場合には、水平磁場の中心磁場強度（前述の強度最大となる位置での磁場強度に相当）を3000G以上とすることが望ましい。水平磁場を印加して結晶育成を行うCZ
15 法では、水平磁場の影響によりルツボ内にある融液全体に対流を抑制する効果が働く。特に、磁場中心は融液内の結晶育成軸上に位置しているため、結晶育成界面近傍での対流の抑制効果が大きく、ルツボの回転を変化させて結晶育成界面近傍の融液に酸素濃度の影響が出るまでには時間がかかり、結晶内に取り込まれる酸素量を精密に制御する上で問題があった。しかしながら、本発明の製造方法の採用により
20 このような問題も効果的に解決できる。

本発明の製造方法においては、単結晶の引上げ量にあわせて変化させる不活性ガスの流量及び／又は育成炉内の圧力を、それ以前に引上げたシリコン単結晶の格子間酸素濃度の測定値をもとに算出することが可能である。本発明の製造方法を用いたシリコン単結晶の育成にあたっては、それ以前に引上げられたシリコン単結晶の
25 酸素濃度データと、不活性ガス流量、育成炉内の圧力等の操業条件データを基に育

- 成条件の設定あるいは調整を行なうことにより、より一層、品質の安定したシリコン単結晶を得ることができる。即ち、育成した単結晶の一部に酸素濃度の低い部分があれば、次の単結晶育成ではその部位での不活性ガスの量を減らすか、炉内の圧力を高めるように操業条件を調整することができる。酸素濃度が目標とする値より
- 5 も高い部分では、ガス量を増やすか、炉内の圧力が低くなるように操業条件の調整を行えば、容易に結晶軸方向の酸素濃度分布の安定した単結晶を得られる。なお、必要があれば、ガス量と炉内圧を同時に調整しても良い。

図面の簡単な説明

- 10 図 1 は、本発明のシリコン単結晶の製造装置の一例を示す概略図。
- 図 2 は、シリコン単結晶中の格子間酸素濃度とルツボ回転速度との関係を示す図。
- 図 3 は、シリコン単結晶中の格子間酸素濃度と育成炉内に流すアルゴンガス流量との関係を示す図。
- 図 4 は、シリコン単結晶中の格子間酸素濃度と育成炉内圧力との関係を示す図。
- 15 図 5 は、実施例として、炉内のアルゴンガス流量、圧力の調整による結晶成長軸方向の格子間酸素濃度の分布プロファイル。
- 図 6 は、例として、シリコン融液を保持するルツボ回転速度を変化させた場合の結晶成長軸方向の格子間酸素濃度の分布プロファイル。

20 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の具体的な実施の形態を、添付の図面を参照しながら説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

- 図 1 は、本実施形態で用いるシリコン単結晶の育成装置の一例を示す概略図である。該単結晶育成装置 100 は、育成炉 1 とその外側に磁場発生装置 2 を備えてお
- 25 り、育成炉 1 の内部には、シリコン融液 10 を保持するための内側が石英製で外側

が黒鉛からなるルツボ7と、前記ルツボ内のシリコンを加熱溶融するためのヒータ6と、ヒータ6からの輻射熱が育成炉1の内壁に直接当たらないように保護するための断熱材5から構成されている。そして、育成炉1には、単結晶を引上げるためのワイヤ9が育成炉1上方に取り付けられている不図示のワイヤ巻上げ機構から巻
5 き出されており、その先端には種結晶を取り付けるための種ホルダ13が係止されている。また、育成炉1の下方には、ルツボ7を支持するためのルツボ軸14があり、このルツボ軸14は、ルツボ軸14に接続された不図示のルツボ移動機構により上下動、回転動可能なものである。さらに育成炉1には、育成炉の上方から不活性ガスを導入するための導入管11と、導入管から炉内に流入した不活性ガスを育
10 成炉の外へ排出するための排ガス管12が取り付けられており、導入管11と排ガス管12にはそれぞれ、例えば流量制御器3とコンダクタンスバルブ4とを含んだ流量・圧力調整機構があり、これを操作することによって育成炉1内を流れる不活性ガスの流量と圧力を所望の値に調整することができる。

シリコン単結晶8の育成は、以下のようにして行なうことができる。まず、ワイ
15 ヤ9（前述の通り、育成炉1の上方に位置するワイヤ巻上げ機構から巻き出されたものである）の先端の種ホルダ13に種結晶を取り付ける。他方、ルツボ7に入れた多結晶原料をヒータ6により加熱溶融する。原料の溶融が完了したら、ワイヤ9を静かに巻き出して種結晶先端をシリコン融液10に着液させ、回転させながら静かにワイヤ9を巻き取ることによって、種結晶の先端に単結晶を育成させていく。
20 このとき、ルツボ7は育成している結晶と反対方向に回転させているが、シリコン単結晶中に導入される酸素量を所望の値とするために、ルツボ7の回転を適宜調整して、ルツボ7の内側にある石英ルツボからの酸素の溶出速度を制御している。また、育成中の結晶直径を一定に保つために融液面を常に一定位置に保持する必要がある
25 示のルツボ移動機構により押し上げ、融液面を常に一定に保つようにしている。

そして、このヒータ 6 により融解されたシリコン融液 10 には、磁場発生装置 2 によって磁場が印加されている。融液 10 へ磁場を印加することによりルツボ 7 内での融液の対流が抑制され、ルツボ 7 の内側にある石英ルツボ壁の劣化を抑制することができる。また、対流が抑制されていることにより、融液 10 の温度バラツキも抑えられ操業を安定した状態で行うことができることから、磁場を融液 10 に印加しながら単結晶の育成を行なう MCZ 法は大口径、長尺の単結晶棒を育成するのに適している。

なお、融液 10 に印加する磁場の種類は、育成炉 1 の外に配置する磁場発生装置 2 によって、水平磁場、縦磁場、カスプ磁場等の中から選択できる。いずれのタイプの磁場を採用した場合においても、磁場を印加することで融液 10 の対流が抑制され、石英ルツボ壁の劣化が抑えられて長時間の操業が可能となるほか、融液 10 の対流を抑制しつつ結晶育成界面近傍の温度を安定させることで単結晶へのスリップ転位導入を無くし、効率良く結晶育成を図ることができるなど、本質的に同様の効果が達成される。後述の実験においては、単結晶育成装置では、広く普及している水平磁場を融液に印加して単結晶棒を育成させる MCZ 法を用いて実験を行った。但し、前述したように、本発明は磁場の印加方法などにより得られる効果に違いはなく、縦磁場やカスプ磁場であっても同様の効果が得られるものである。

単結晶育成中は、融液 10 から蒸発した酸化物や不純物を炉外へ排出するために、育成炉 1 の上方に取り付けられた不活性ガスの導入管 11 からアルゴンガスを育成炉内に導入し、融液上方から融液面に向かって下流させた後、育成炉下部の排ガスパイプ 12 から排出する。これにより、シリコン融液 10 から蒸発する酸化物やその他の不純物を育成装置の外に排出される。この炉内上方から導入されるアルゴンガスの量は、ガス導入管 11 に取り付けられた流量制御器 3 によって調整可能であり、単結晶の育成条件や炉内の状況に応じて調整される。一方、育成炉内の圧力は、排ガスパイプ 12 に取り付けられたコンダクタンスバルブ 4 の開閉度を調整することで、

単結晶育成時に必要な炉内圧を作り出している。なお、効率よく炉内のガスを外に排出するためには、単結晶育成装置外部の圧力よりも育成炉 100 内の圧力を低くして単結晶を育成する方法が有効である。

本実施の形態においては、育成炉 1 の炉内上方から供給されるアルゴンガスの流量は、単結晶の引上げ長さに応じて制御されている。このガス量の結晶育成軸方向の引上げに応じた制御とは、例えば、シリコン単結晶 8 を引上げて行くに従ってその流量を下げるように制御されるものであり、ガス流量を下げるタイミングや量等は、育成炉 1 やルツボ 7 の大きさ、シリコン融液 10 の量、シリコン単結晶 8 の径や長さ、磁場の印加方法や強度、ルツボ 7 の回転速度等の諸条件に応じて適宜選択される。育成炉 1 の上方から下流したアルゴンガスがシリコン融液 10 の表面を流れることにより、シリコン融液 10 の表面から酸化物として蒸発する酸素を、効率良く育成炉 1 の外へ排出することができる。しかし、シリコン単結晶 8 の引上げ量が大きくなると、シリコン融液 10 とルツボ 7 の内側に配設された石英ルツボ壁との接触面積が減少し、シリコン融液 10 に取り込まれる酸素もそれに合わせて減っていく。従って、結晶の育成に伴ってアルゴンガスの流量を抑えることで、シリコン融液面から除去される酸素の量を減らすことが可能となり、このような方法を取ることによって、時間遅れのない高精度の結晶格子間酸素濃度の制御が達成される。

また、本発明においては、コンダクタンスバルブ 4 の開閉度を調整することにより得られる炉内圧も、シリコン単結晶 8 の引上げ長さに応じて制御される。この育成炉 1 内の圧力を結晶育成軸方向の引上げ量に応じて変化させる制御は、例えば、シリコン単結晶 8 を引上げて行くに従って、その圧力を高くするように行なうことができる。また、圧力を高めるタイミングや度合いなどは、ガス流量の場合と同じく、育成炉 1 やルツボ 7 の大きさ、シリコン融液 10 の量、シリコン単結晶 8 の径や長さ、磁場の印加方法や強度、ルツボ 7 の回転速度等の諸条件に応じて適宜選択される。そして、結晶の育成にともなって育成炉 1 内部の圧力を上げることにより、

シリコン融液 10 の表面から酸化物として蒸発する酸素の量が抑えられる。前述のように、シリコン単結晶 8 の引上げ量が大きくなるに従ってシリコン融液 10 が石英ルツボ壁と接触する面積が減り、シリコン融液 10 への酸素供給量が減少する。

そこで、シリコン単結晶 8 の引上げ量に応じて酸素原子の雰囲気中への蒸発を抑制

5 することで融液表面から取り去られる酸素量が減り、結果として時間遅れの無い、高精度の格子間酸素濃度の制御が可能となる。

特に、本実施の形態においては、炉内の圧力の制御と共に、不活性ガスの流量制御も組み合わされて並行して行われるため、結晶中に取り込まれる格子間酸素濃度を結晶育成軸方向に安定して高精度に保つことができる。従って、磁場を印加しながら単結晶を育成するMCZ法で単結晶を育成する場合においては、ルツボの回転速度や融液に印加する磁場強度の調整により育成結晶に取り込まれる酸素を制御する方法と比べ、本発明のほう時間が遅れが小さく高精度で安定した酸素制御を行うことが可能である。なお、不活性ガス流量と育成炉内の炉内圧力の調整にあたっては、ガス流量と炉内圧を同時に調整しても良いし、不活性ガス量又は炉内圧のいずれか一方のみを調整することによって、結晶中に取り込まれる酸素を制御してもよい。例えば、ガス量と炉内圧を同時に変更する方法では、調整シーケンスは幾分複雑となるものの、制御可能な酸素量の幅も大きく、また、酸素量をより最適の値に近づけやすい利点があり、いずれか一方のみを変更する方法では、制御可能な酸素量の幅は若干小さくなるが、逆に融液中の酸素量を微調整するのには好都合である。

このように、両方法にはそれぞれ特長があり、目的とする結晶中の酸素濃度に応じて適宜選択されるべきものである。

また、アルゴンガスの流量や炉内の圧力の設定にあたっては、既に育成を行った結晶の酸素濃度測定値を参照して、新たに育成する結晶についての炉内圧力やガス流量の値の算出あるいは設定を行なうことが望ましい。既に引上げを行った結晶の

度の変動が大きい部分を所望の値に安定させることができ、結晶中の酸素濃度をコントロールするための各種操業条件を選択する上でも、より効率的に操業条件を決めることができる。例えば、結晶全体の酸素濃度を目標とする品質に近づけるためには、ルツボの回転速度や融液に印加する磁場強度を調整して目標値に近づけ、

- 5 ルツボ回転数や磁場強度では調整の難しい酸素濃度のズレを、炉内圧やガス流量で調整することによって、高精度で再現性良く所望とする品質を持った単結晶棒を育成可能となる。

(実施例)

以下、本発明の効果を確認するために行った実験とその結果について説明する。

10 (比較例)

- 最初に、ルツボの回転速度が格子間酸素濃度に及ぼす影響を確認する実験を行った（これは、比較例を示すための予備実験である）。まず、24インチ径の石英ルツボに原料多結晶シリコン150kgを入れ、加熱溶解してシリコン融液となし、これに4000Gの水平磁場を印加した。また、不活性ガスとしてArガスを育成
- 15 炉内に流し、種結晶をそのシリコン融液に浸し、種絞り工程を経て直径200mmのシリコン単結晶を育成した。育成条件は、Arガス流量を100リットル/min、炉内圧力を100mbarにそれぞれ固定とし、他方、ルツボ回転速度を、0.1~2.0rpmの各種値のいずれかに設定することにより、8種類のシリコン単結晶棒を育成した。そして、得られた各シリコン単結晶棒の定径部となった位置から
- 20 ら厚さ2mmのシリコンウェーハを切り出し、さらに両面を鏡面研磨して、フーリエ変換赤外分光装置（Fourier Transform Infrared: FTIR）を用いたASTM（1979年）：F-121に規定の方法により、格子間酸素濃度を測定した。図2にその結果を示す。これによると、ルツボの回転速度が増大するとともに、育成されるシリコン単結晶中の格子間酸素濃度が増大することがわかる。これは、例えば
- 25 シリコン単結晶の育成に伴い（すなわち育成長さの増大に伴い）、ルツボの回転

速度を調整することで、格子間酸素濃度を制御できることを意味している。

(実施例 1)

次に、シリコン融液表面からの酸素の蒸発量に着目し、これに影響を与えると思われる育成炉内のアルゴンガス流量が、シリコン単結晶中の格子間酸素濃度へ及ぼす影響について調べた。シリコン単結晶の育成条件は比較例と略同一であり、ルツボの回転速度を 0.5 rpm、育成炉内圧力を 100 mbar にてそれぞれ固定とし、アルゴンガス流量を 25～300 リットル/min の範囲で変化させるとともに、各条件にて得られたシリコン単結晶棒の格子間酸素濃度を、比較例と同様の方法により測定した。その結果を図 3 に示す。これによると、アルゴンガスの流量が増大するとともに、育成されるシリコン単結晶中の格子間酸素濃度が減少することがわかる。これは、例えばシリコン単結晶の育成に伴いアルゴンガス流量を調整することで、格子間酸素濃度を制御できることを意味している。

(実施例 2)

さらに、シリコン融液表面からの酸素の蒸発量には育成炉内の圧力が関係していることも予測されたため、その影響を調べるため、育成炉内の圧力と、得られるシリコン単結晶中の格子間酸素濃度へ及ぼす影響についても同様に調査した。シリコン単結晶の育成条件は比較例と略同一であり、ルツボの回転速度を 0.5 rpm、アルゴンガス流量を 100 リットル/min にてそれぞれ固定とし、育成炉内圧力を 70～300 mbar の範囲で変化させるとともに、各条件にて得られたシリコン単結晶棒の格子間酸素濃度を、比較例と同様の方法により測定した。その結果を図 4 に示す。これによると、育成炉内圧力が増大するとともに、育成されるシリコン単結晶中の格子間酸素濃度が増大することがわかる。これは、例えばシリコン単結晶の育成に伴い育成炉内圧力を調整することで、格子間酸素濃度を制御できることを意味している。

25 (実施例 3)

次に、シリコン単結晶の育成長さの増大に合わせて、ルツボの回転速度（比較実験）又はアルゴンガス流量及び育成炉内圧力を連続的に変化させながらシリコン単結晶の引き上げを行い、成長軸方向で格子間酸素濃度が一定となるように制御されているか否かを調べる実験を行った。先にも説明した通り、ルツボの回転速度はルツボ内のシリコン融液の熱対流に影響を与える因子と考えられ、また、アルゴンガス流量と育成炉内圧力とはシリコン融液表面からの酸素原子の蒸発に影響を与える因子であると考えられる。

まず、図1に示す装置により、実施例として、育成炉1内のアルゴンガス流量と炉内圧力の両方を制御してシリコン単結晶8の引き上げを行った。育成炉1内のアルゴンガス流量を、その導入管11の中間に設けた流量制御器3により調整し、単結晶の育成が進行するにつれて、すなわちシリコンの固化度が増大するにつれて、アルゴンガスの流量が減少するように制御した。また、育成炉1内の炉内圧力については排ガス管12の途中に設けたコンダクタンスバルブ4の開きを加減することで制御し、単結晶の成長が進行するにつれて、炉内の圧力が増大するように調整した。すなわち、育成する結晶の後半部では、シリコン融液とルツボ内壁部をなす石英との接触面積が減少によるシリコン融液への酸素原子供給量の減少分を補償するため、シリコン単結晶の成長が進行するにつれてアルゴンガスの流量を下げ、炉内圧力を上昇させているわけである。得られたシリコン単結晶は、成長軸方向の各位置からウェーハを切り出し、先に説明したのと同じ方法により各位置の格子間酸素濃度を測定した。結果を図5に示す。これによると、結晶成長方向において格子間酸素濃度のバラツキが、 $\pm 0.14 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ の範囲に収まっており、極めて高精度に格子間酸素濃度を制御できていることがわかる。

次に、比較例として、育成炉1内のアルゴンガスの流量と炉内圧力とを一定とし、ルツボの回転速度を制御してシリコン単結晶8の引き上げを行った。具体的には、単結晶の育成が進行するにつれて、すなわちシリコンの固化度が増大するにつれて、

ルツボの回転速度を0.9rpmから2rpmに漸増させた。そして、得られたシリコン単結晶8の、成長軸方向の各位置の格子間酸素濃度を同様に測定した。結果を図6に示す。この結果によると、成長軸方向にはおおむね均一な格子間酸素濃度分布が実現しているが、詳細には、図5に示す実施例品と比較すれば格子間酸素濃度分布のばらつきが大きく、その最大値と最小値との差は実施例の3倍以上の $\pm 0.44 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ に及んでいる。

すなわち、MCZ法では磁場印加によりシリコン融液中に発生する対流発生への抑止力が付加されていることから、比較例のように、ルツボの回転速度調整により対流速度の顕著な変化はそれほど見込めず、ルツボ壁部をなす石英からの溶出酸素原子の結晶成長界面に向けた拡散が遅れがちとなるため、格子間酸素濃度分布のばらつきが大きくなるものと考えられる。これに対し、シリコン単結晶の育成中に育成炉内に流す不活性ガスの流量あるいは育成炉内の圧力をシリコン単結晶の引き上げ量に応じて変化させる実施例の方法では、シリコン融液表面からの酸素原子の蒸発が抑えられ、シリコン融液中の酸素原子濃度を、対流速度とは無関係に増加させることができる。その結果、溶出酸素原子の結晶成長界面に向けた拡散の遅れも効果的に補うことができるようになり、ひいては得られるシリコン単結晶の成長軸方向の格子間酸素濃度分布を、より均一で安定なものとする効果が達成されたと考えられる。

なお、上記の実施の態様あるいは実施例は本発明の例示に過ぎず、これらに限定されるものでないことはいうまでもない。例えば、上記実施の形態においては、主に直径200mmのシリコン単結晶、すなわち8インチの単結晶を育成する場合を例に挙げて説明したが、例えば直径が10インチ、12インチ（約300mm）さらには16インチ（約400mm）以上の単結晶にも同様に適用可能である。また、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一の構成を有し、同様の作用・効果を奏するものは、いかなるものであれ本発明の技術的に範囲に含ま

れる。さらに、本発明の主旨を逸脱しない範囲にて種々の改良あるいは変形を加えることができる。

請 求 の 範 囲

1. シリコン単結晶の育成炉内においてルツボに収容したシリコン融液からCZ法によりシリコン単結晶を製造する方法において、磁場を印加しながら単結晶の引き
5 上げを行うMCZ法（磁界下引上げ法）を採用するとともに、シリコン単結晶の育成中に育成炉内に流す不活性ガスの流量及び育成炉内の圧力のいずれか一方又は両方をシリコン単結晶の引き上げ量に応じて変化させ、単結晶中の格子間酸素濃度を調整することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。
2. 前記不活性ガスの流量を、シリコン単結晶の引上げ量が多くなるに従って減少
10 させる請求の範囲第1項記載のシリコン単結晶の製造方法。
3. シリコン単結晶の育成中に育成炉内に流す前記不活性ガスの流量を、40～300リットル/minの範囲内で調整する請求の範囲第1項又は第2項に記載のシリコン単結晶の製造方法。
4. 前記不活性ガスは、アルゴンガスである請求の範囲第1項ないし第3項のい
15 ずれかに記載のシリコン単結晶の製造方法。
5. 前記育成炉内の圧力を、シリコン単結晶の引上げ量が多くなるに従って増加させる請求の範囲第1項ないし第4項のいずれかに記載のシリコン単結晶の製造方法。
6. シリコン単結晶育成中の前記育成炉内の圧力を40～300mbarの範囲内で調整する請求の範囲第1項ないし第5項のいずれかに記載のシリコン単結晶の製
20 造方法。
7. シリコン単結晶を育成する育成炉内にあるシリコン融液に印加される磁場は、その強度最大となる位置において3000G以上とされる請求の範囲第1項ないし第6項のいずれかに記載のシリコン単結晶の製造方法。
8. 単結晶の引上げ量に合わせて変化させる不活性ガスの流量及び／又は育成炉内
25 の圧力を、それ以前に引上げたシリコン単結晶の格子間酸素濃度の測定値をもとに

算出し設定する請求の範囲第1項ないし第7項のいずれかに記載のシリコン単結晶の製造方法。

9. シリコン融液から単結晶の引き上げを行うCZ法を用いて育成したシリコン単結晶であつて、直径が200mm以上であり、結晶育成軸方向における単結晶中心の格子間酸素濃度のバラツキが、結晶育成軸中心の酸素濃度の平均値に対して±0.2×10¹⁷ atoms/cm³の範囲に収まっていることを特徴とするシリコン単結晶。
10. 前記シリコン単結晶は、シリコン融液に磁場を印加しながら単結晶の引き上げを行うMCZ法を用いて育成したシリコン単結晶であることを特徴とする請求の範囲第9項に記載のシリコン単結晶。

図 1

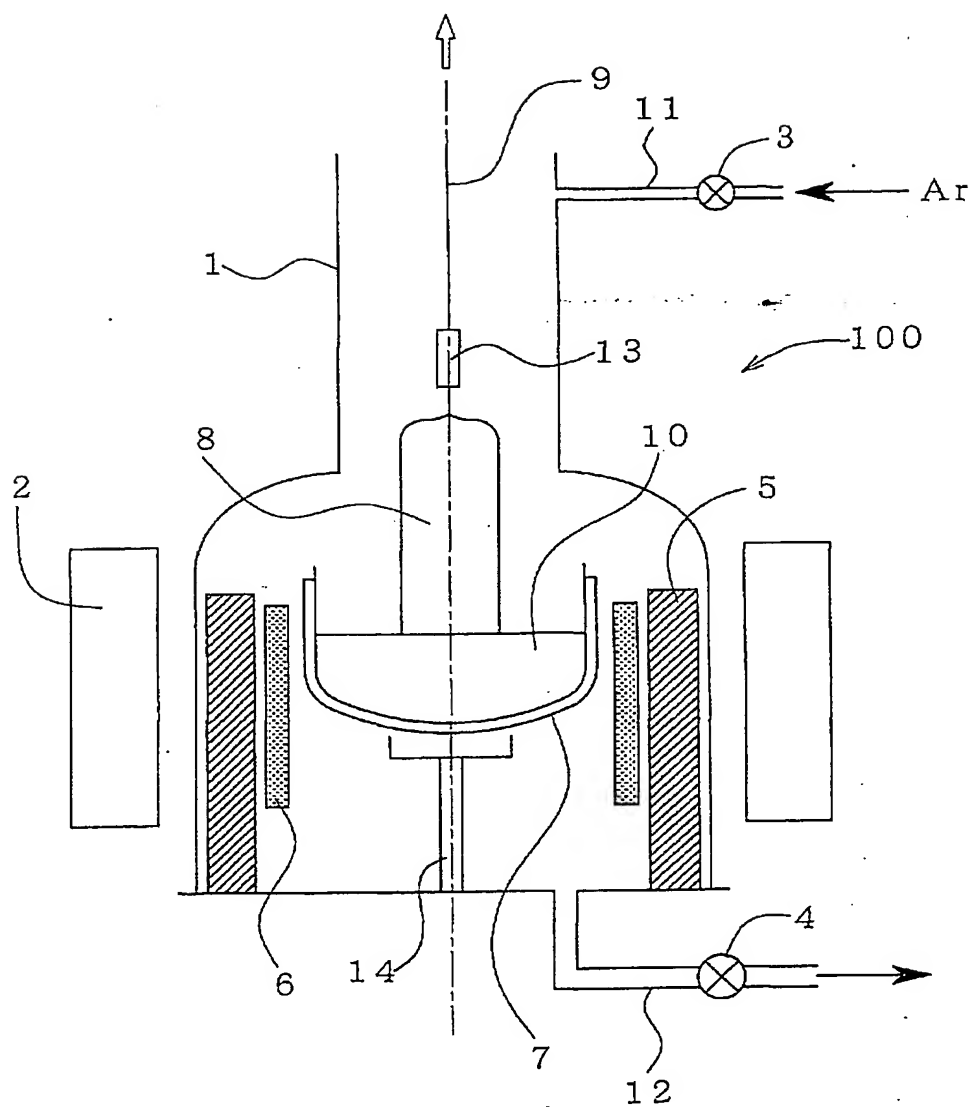


図 2

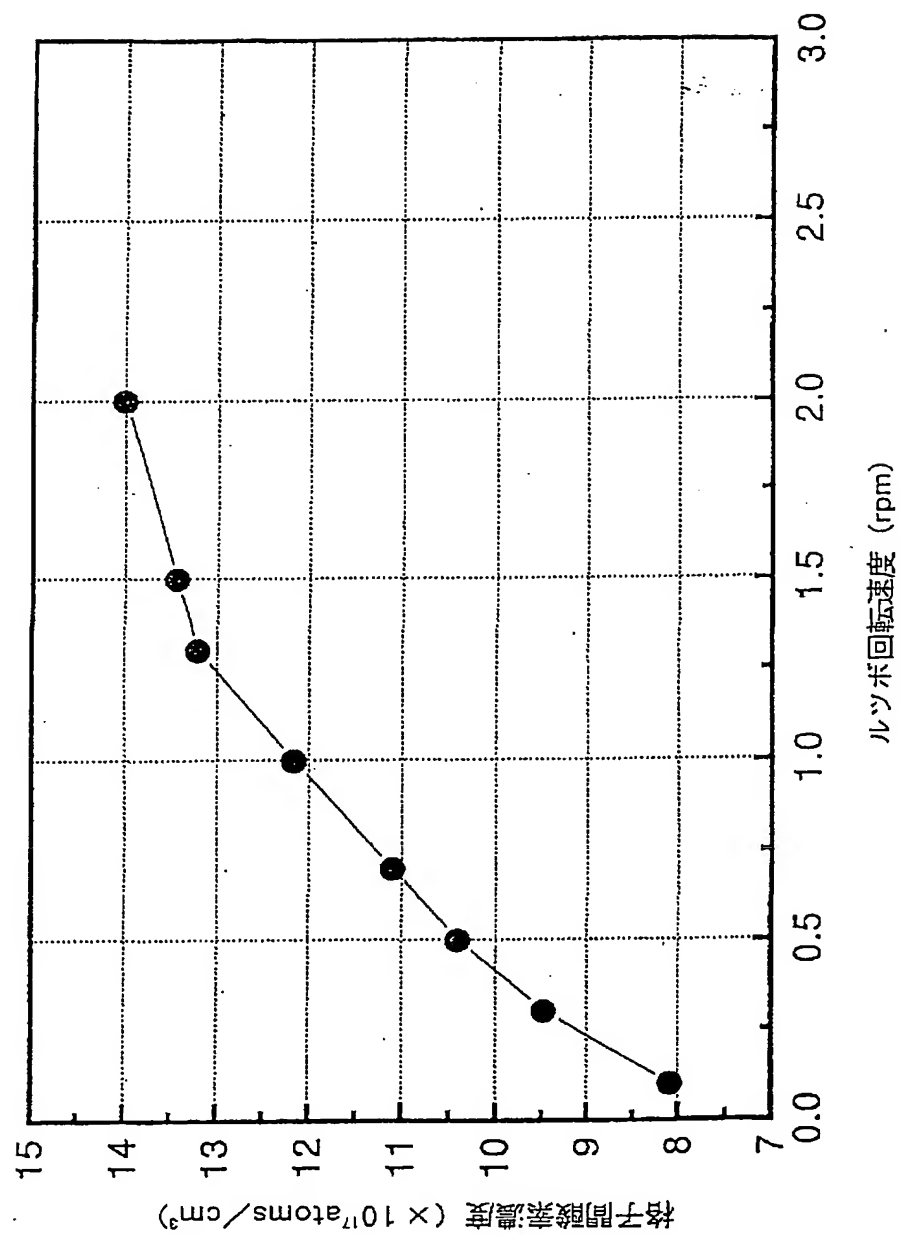


図 3

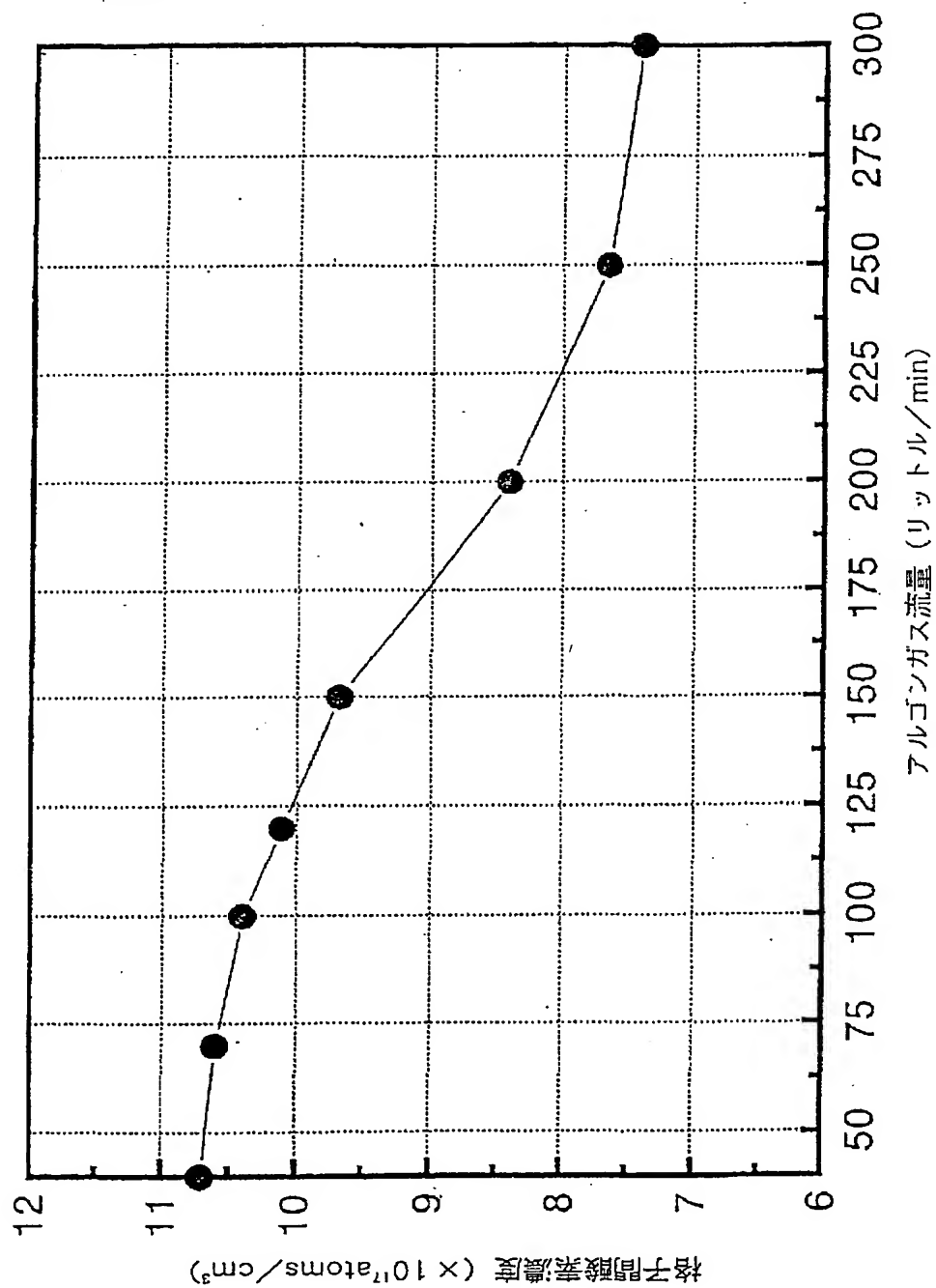


図 4

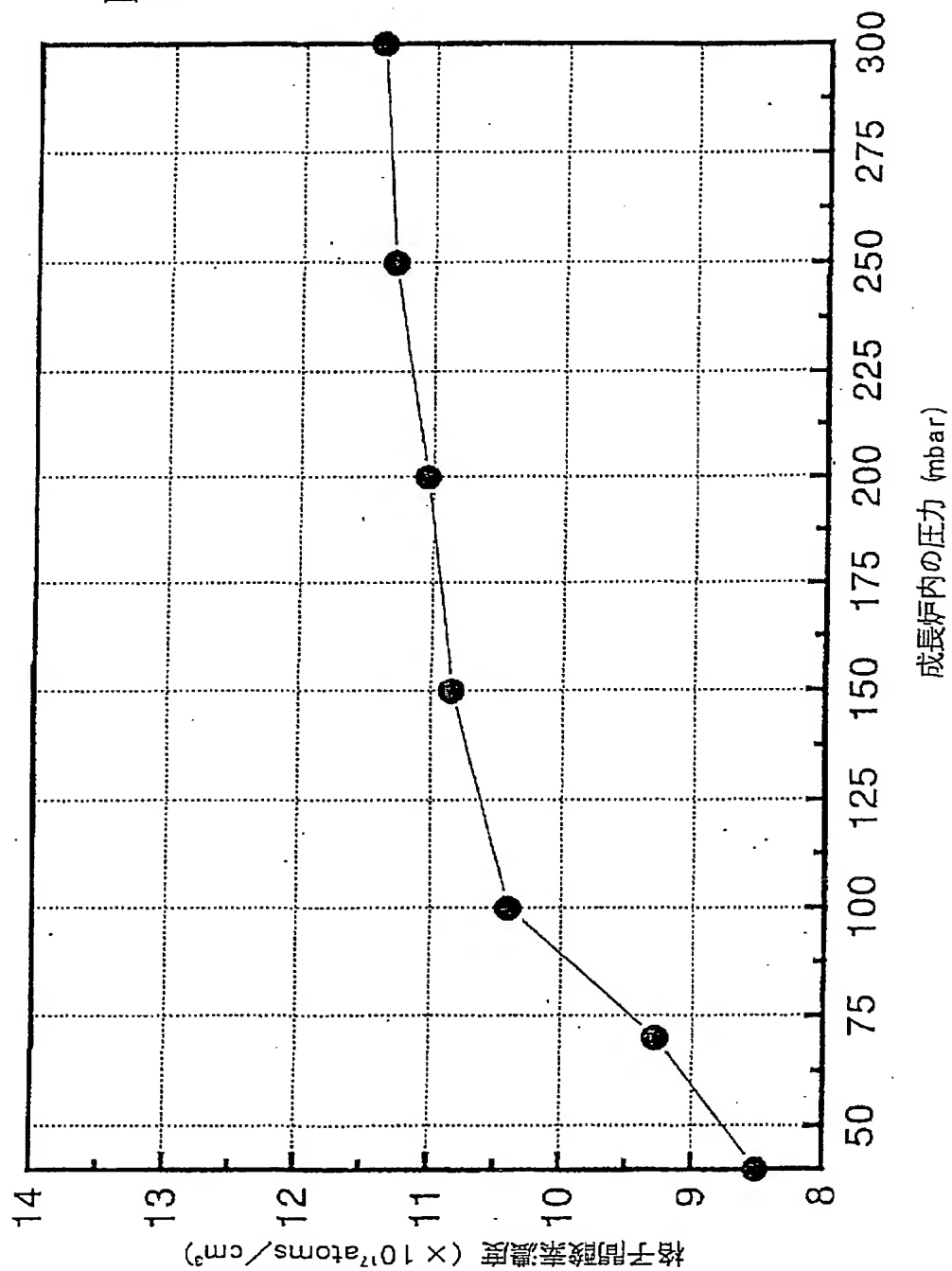


図 5

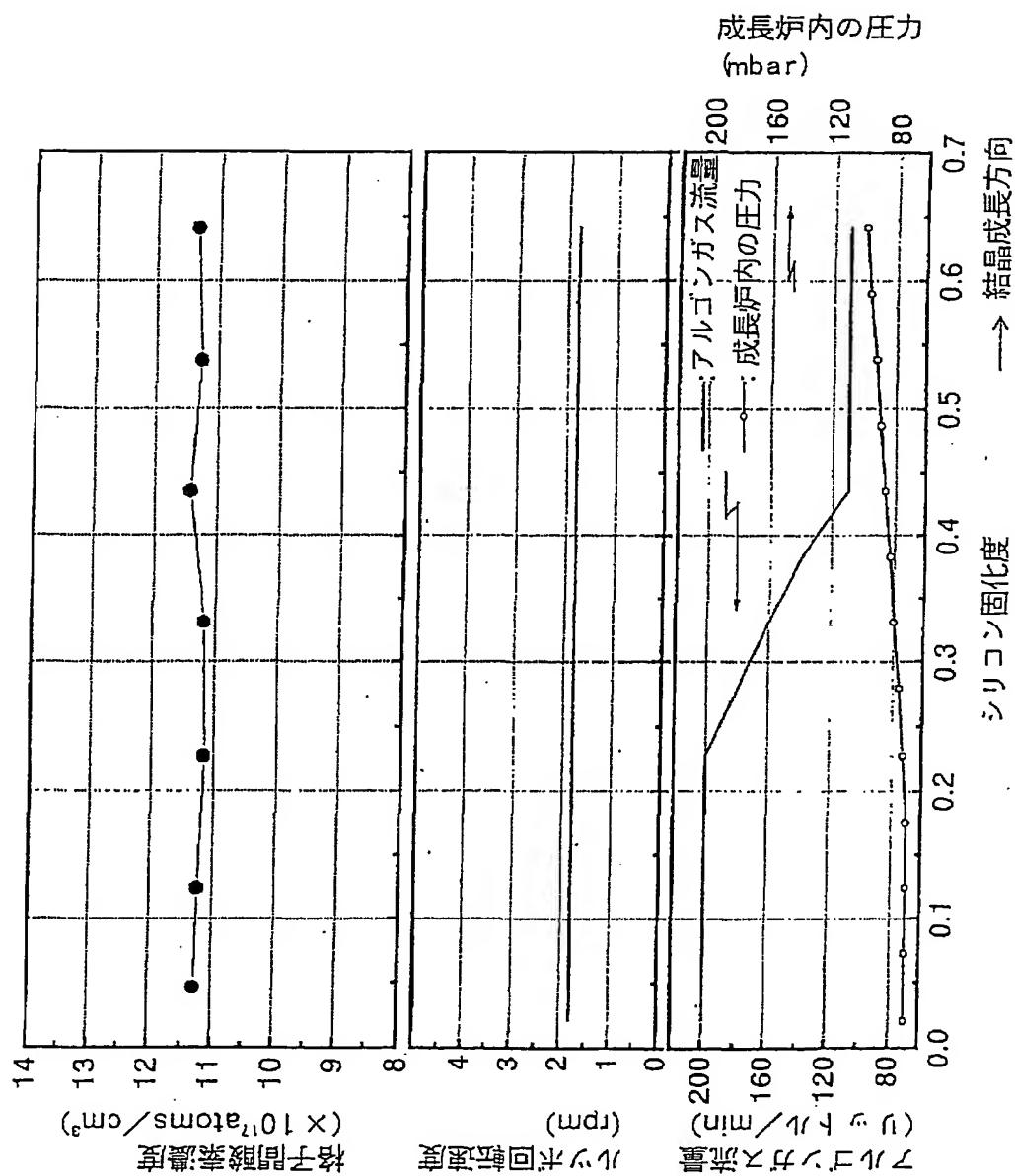
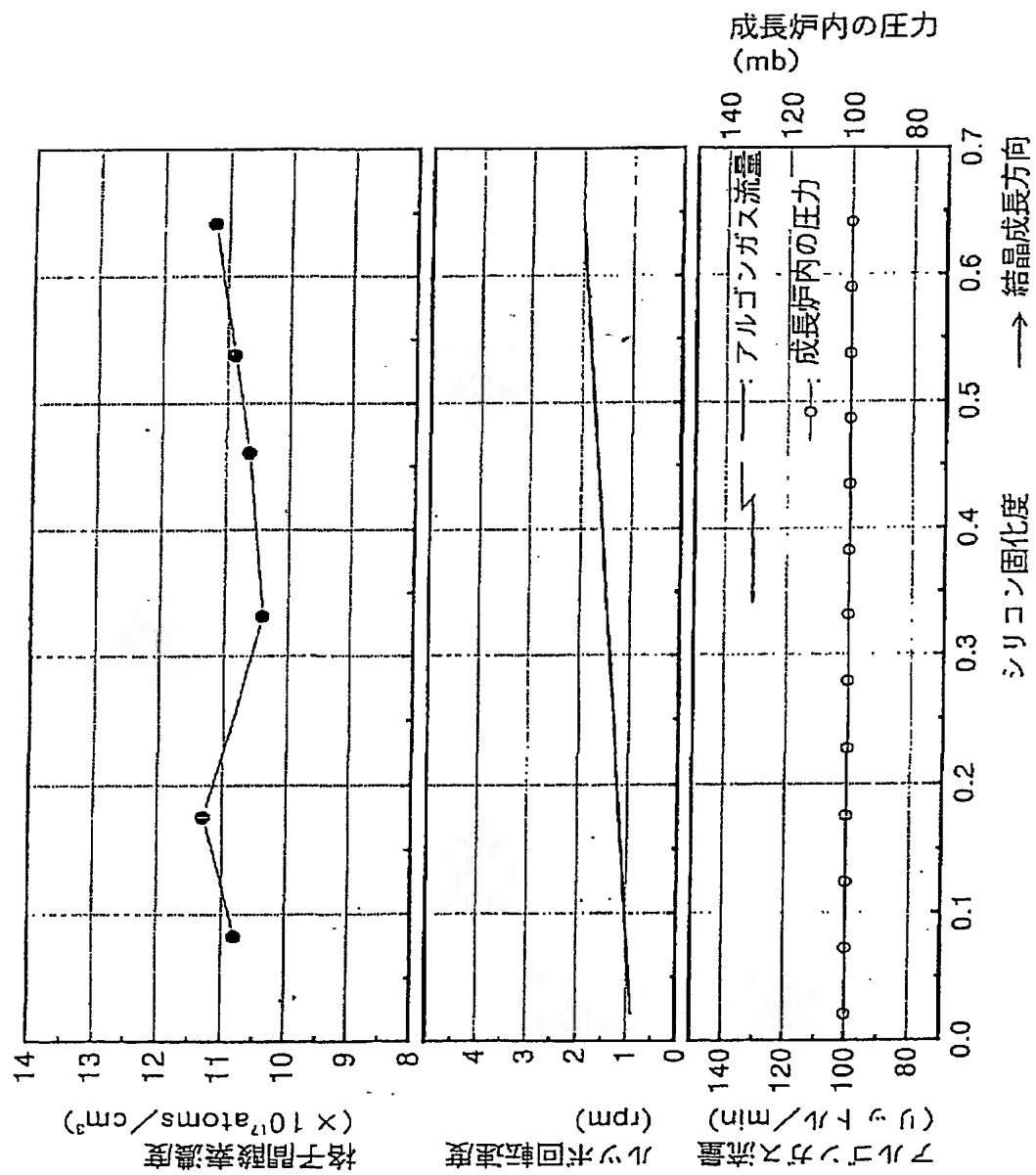


図 6



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/01460

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 Int.Cl⁷ C30B29/06, 15/00
 H01L21/208, 21/322

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C30B1/00-35/00
 H01L21/208, 21/322

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
 Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CAS ONLINE, JICST FILE ON SCIENCE AND TECHNOLOGY
 magnet?, flow, pressure, oxygen, concent?, silicon

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	JP, 2000-239096, A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 05 September, 2000 (05.09.00), Par. Nos. [0012] to [0014], [0019], [0031]; Fig. 6 (Family: none)	1, 4, 5, 6, 8
PX	JP, 2000-86392, A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 28 March, 2000 (28.03.00), Par. Nos. [0032], [0033]; Fig. 5 (Family: none)	9, 10
T	MACHIDA N. et al., "The effects of argon gas flow rate and furnace pressure on oxygen concentration in Czochralski silicon single crystals grown in a transverse magnetic field," Journal of Crystal Growth, Vol. 210, March 2000, pp. 532-540, see the whole document	1-10
A	MACHIDA N. et al., "The effects of argon gas flow rate and furnace pressure on oxygen concentration in Czochralski-grown silicon crystals," Journal of Crystal Growth, Vol. 186, 1998, pp.362-368, see the whole document	1-10

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not
considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing
date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is
cited to establish the publication date of another citation or other
special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other
means

"P" document published prior to the international filing date but later
than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or
priority date and not in conflict with the application but cited to
understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be
considered novel or cannot be considered to involve an inventive
step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be
considered to involve an inventive step when the document is
combined with one or more other such documents, such
combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
10 May, 2001 (10.05.01)

Date of mailing of the international search report
22 May, 2001 (22.05.01)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.


PCT/JP01/01460

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 11-228286, A (Shin Etsu Handoutai Co., Ltd.), 24 August, 1999 (24.08.99), Claims 1, 2; Par. Nos. [0029], [0040] & EP, 936289, A & US, 6136090, A	1-10
A	JP, 3-159986, A (Shin Etsu Handoutai Co., Ltd.), page 5, upper right column, line 8 to page 5, lower left column, line 12 & EP, 432914, A1 & US, 5131974, A	1-10

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JPO1/01460

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. C30B29/06, 15/00 H01L21/208, 21/322		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. C30B1/00-35/00 H01L21/208, 21/322		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1926-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2001年 日本国登録実用新案公報 1994-2001年 日本国実用新案登録公報 1996-2001年		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語) CAS ONLINE, JICST科学技術文献ファイル magnet?, flow, pressure, oxygen, concent?, silicon		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
PX	JP, 2000-239096, A (住友金属工業株式会社), 5. 9月. 2000 (05. 09. 00), 【0012】 - 【0014】 , 【0019】 , 【0031】 , 図6 (ファミリーなし)	1, 4, 5, 6, 8
PX	JP, 2000-86392, A (住友金属工業株式会社), 28. 3月. 2000 (28. 03. 00), 【0032】 , 【0033】 , 図5 (ファミリーなし)	9, 10
T	MACHIDA N. et al., "The effects of argon gas flow rate and furnace pressure on oxygen concentration in Czochralski silicon single crystals grown in a transverse magnetic field," Journal of Crystal Growth, Vol. 210, March 2000, pp. 532-540, see the whole document	1-10
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 10. 05. 01	国際調査報告の発送日 22.05.01	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 五十 棲 毅  4G 9440 電話番号 03-3581-1101 内線 3416	

C (続き) 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	MACHIDA N. et al., "The effects of argon gas flow rate and furnace pressure on oxygen concentration in Czochralski-grown silicon crystals," Journal of Crystal Growth, Vol. 186, 1998, pp. 362-368, see the whole document	1-10
A	JP, 11-228286, A (信越半導体株式会社), 24. 8月. 1999 (24. 08. 99), 請求項1, 請求項2, 【0029】, 【0040】 & EP, 936289, A1 & US, 6136090, A	1-10
A	JP, 3-159986, A (信越半導体株式会社), 9. 7月. 1991 (09. 07. 91), 第5頁右上欄第8行-同頁左下欄第12行 & EP, 432914, A1 & US, 5131974, A	1-10